UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 1997/98

Februari 1998

KAT 445 - Kimia Analisis Lanjutan I

Masa: (3 jam)

Jawab sebarang **LIMA** soalan. Jawab sekurang-kurangnya DUA soalan dari setiap bahagian.

Hanya LIMA jawapan pertama akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan semuanya dan lampiran (9 muka surat).

BAHAGIAN A:

1. (a) Pada masa kini, kaedah kinetik dalam kimia analisis merupakan salah satu kaedah yang berguna bagi menentukan kandungan sebatian surihan. Berikan ulasan ringkas bagi menyokong kenyataan ini.

(5 markah)

(b) Dalam larutan 1 M SCN^-, pemalar kadar tertib pertama bagi tindak balas di antara Co^{2+} dan SCN^- adalah 1×10^4 s^{-1} pada 25 °C. Hukum kadar dalam kepekatan 1 M SCN^- mempunyai bentuk: kadar = k $[Co^{2+}]$. Kira masa (saat) yang diperlukan untuk tindak balas mencapai tahap 50.0 % dan 99.9 %.

(6 markah)

(c) Terangkan secara ringkas perbezaan di antara kaedah pembezaan dan kaedah pengkamiran dalam kaedah kinetik.

(5 markah)

(d) Berikan komponen-komponen penting peralatan dalam teknik aliran terhenti bagi analisis secara kinetik.

(4 markah)

2. (a) Bezakan di antara kaedah kinetik dan kaedah keseimbangan. Berikan tiga kelebihan kaedah kinetik berbanding dengan kaedah keseimbangan.

(6 markah)

(b) Bincangkan kaedah-kaedah penentuan spesies tunggal dalam suatu campuran dua sebatian yang hampir serupa yang dapat dilakukan dengan kaedah kinetik.

(10 markah)

(c) Mengapakah kaedah kadar awal selalu digunakan berbanding dengan kaedah-kaedah lain dalam analisis secara kinetik?

(4 markah)

3. (a) Bincangkan bagaimana kaedah tangen dapat digunakan dalam penentuan mangkin.

(5 markah)

(b) Dengan memberikan mekanisme tindak balas, huraikan bagaimana penentuan enzim dan substrat dapat dilakukan dengan menggunakan kaedah analisis secara kinetik.

(10 markah)

(c) Ester metil kloroasetat menghidrolisis lebih cepat (k relatif = 761) jika dibandingkan dengan ester etil asetat (k relatif = 0.6). Kira peratus ester etil asetat yang telah bertindak balas jika sekiranya sebanyak 99.9 % metil kloroasetat telah bertindak balas. Anggaplah kedua-dua kepekatan awal adalah sama.

(5 markah)

BAHAGIAN B:

4. (a) Apabila kaedah-kaedah analisis digunakan dalam perindustrian, kualiti hasil yang diperolehi dengan kaedah ini disamping kecekapan peralatan yang digunakan haruslah dinilai secara berterusan. Dalam hubungan ini, terdapat tiga sebutan dalam membincangkan kualiti pengukuran, iaitu penegasan kualiti, pengawalan kualiti dan penilaian kualiti. Jelaskan secara ringkas ketiga-tiga sebutan ini.

(6 markah)

(b) Kaedah piawai bagi menentukan plumbum tetraetil (TEL) dalam gasolin dilaporkan mengandungi sisihan piawai 0.0088 mL TEL per liter. Jika $s \rightarrow \sigma = 0.0088$ mL TEL per liter, kira banyaknya analisis berulang yang harus dijalankan supaya purata bagi analisis sampel berada

(i) $\pm$ 0.0066 mL TEL / L daripada 99 % purata sebenar.

(ii) $\pm$ 0.0044 mL TEL / L daripada 90 % purata sebenar.

(6 markah)

(c) Seorang ahli kimia analisis mengulangi suatu eksperimen dan merekod masa yang diperlukan bagi suatu tindak balas kimia tertentu. Masa adalah tertabur secara normal dengan purata 44.35 saat dan sisihan piawai adalah 0.30 saat. Tentukan peratus masa dan kebarangkalian di antara 44.00 saat dan 44.30 saat.

(8 markah)

5. (a) Berikan ciri-ciri khas taburan normal dan taburan normal terpiawai.

(4 markah)

(b) Jelaskan secara ringkas sebutan korelasi positif, negatif dan tiada korelasi. Bagi set di bawah, ramalkan sama ada ianya berkorelasi positif, negatif atau tiada korelasi.

(i) Berat kereta dan kadar penggunaan bahan api dalam km per liter.

(ii) Keserapan dan kehantaran.

(iii) Keserapan dan kepekatan.

(6 markah)

(c) Suatu pil seharusnya mengandungi 20.0 mg fenobarbitol. Sampel rawak sebanyak 30 pil menghasilkan purata 20.5 mg dan sisihan piawai 1.5 mg. Berdasarkan ujian hipotesis, adakah pil sampel ini dapat memenuhi spesifikasi pada $\alpha = 0.10$?

(4 markah)

(d) Apakah kepentingan carta kawalan mutu? Berikan dua jenis carta kawalan mutu serta bagaimana ianya diperolehi.

(6 markah)

6. (a) Beri penjelasan ringkas mengenai perkara di bawah:

(i) ANOVA dua hala

(ii) Ujian dua hujung

(iii) Kaitan di antara ralat rawak dan taburan normal

(6 markah)

(b) Seorang ahli kimia analisis mengunakan tiga kaedah yang berbeza bagi menentukan kandungan kalsium (ppm) dalam air paip yang sama. Bagi setiap kaedah, beliau melakukan bilangan penentuan yang berbeza. Data yang diperolehi disenaraikan seperti di bawah. Dengan melakukan analisis yang sesuai pada aras keertian 0.05, nyatakan dengan perkataan apakah makna daripada keputusan yang anda lakukan itu.

Kaedah	**Kandungan Ca / ppm**
A	6 8 12 9 7 2
B	9 8 7 6 9
C	11 9 10 8 11 9 12 14

(14 markah)

7. (a) Apakah yang dimaksudkan dengan analisis regresi? Terangkan kepentingan analisis regresi dalam membuat perbandingan dua kaedah analisis. Bagaimanakah analisis ini dapat dilakukan?

(10 markah)

(b) Dalam kaedah kinetik, berikan penerangan ringkas berhubung perkara-perkara di bawah:

(i) Tindak balas penunjuk

(ii) Pemalar Michaelis-Menten

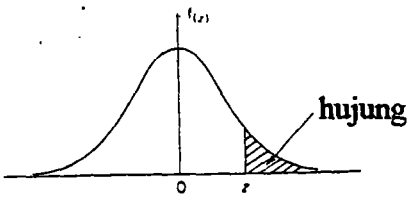
(iii) Kaedah pendekatan kecerunan

(iv) Kaedah pembezaan kadar tindak balas

(10 markah)

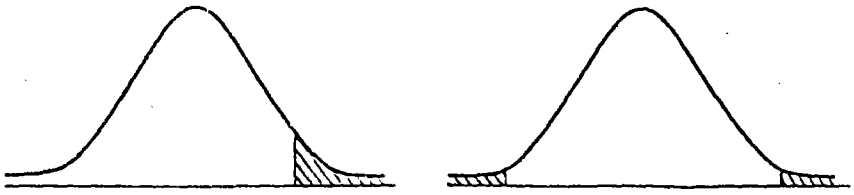
oooOooo

Jadual Taburan Normal Terpiawai



z	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
0.0	.5000	.4960	.4920	.4880	.4840	.4801	.4761	.4721	.4681	.4641
0.1	.4602	.4562	.4522	.4483	.4443	.4404	.4364	.4325	.4286	.4247
0.2	.4207	.4168	.4129	.4090	.4052	.4013	.3974	.3936	.3897	.3859
0.3	.3821	.3783	.3745	.3707	.3669	.3632	.3594	.3557	.3520	.3483
0.4	.3446	.3409	.3372	.3336	.3300	.3264	.3228	.3192	.3156	.3121
0.5	.3085	.3050	.3015	.2981	.2946	.2912	.2877	.2843	.2810	.2776
0.6	.2743	.2709	.2676	.2643	.2611	.2578	.2546	.2514	.2483	.2451
0.7	.2420	.2389	.2358	.2327	.2296	.2266	.2236	.2206	.2177	.2148
0.8	.2119	.2090	.2061	.2033	.2005	.1977	.1949	.1922	.1894	.1867
0.9	.1841	.1814	.1788	.1762	.1736	.1711	.1685	.1660	.1635	.1611
1.0	.1587	.1562	.1539	.1515	.1492	.1469	.1446	.1423	.1401	.1379
1.1	.1357	.1335	.1314	.1292	.1271	.1251	.1230	.1210	.1190	.1170
1.2	.1151	.1131	.1112	.1093	.1075	.1056	.1038	.1020	.1003	.0985
1.3	.0968	.0951	.0934	.0918	.0901	.0885	.0869	.0853	.0838	.0823
1.4	.0808	.0793	.0778	.0764	.0749	.0735	.0721	.0708	.0694	.0681
1.5	.0668	.0655	.0643	.0630	.0618	.0606	.0594	.0582	.0571	.0559
1.6	.0548	.0537	.0526	.0516	.0505	.0495	.0485	.0475	.0465	.0455
1.7	.0446	.0436	.0427	.0418	.0409	.0401	.0392	.0384	.0375	.0367
1.8	.0359	.0351	.0344	.0336	.0329	.0322	.0314	.0307	.0301	.0294
1.9	.0287	.0281	.0274	.0268	.0262	.0256	.0250	.0244	.0239	.0233
2.0	.02275	.02222	.02169	.02118	.02068	.02018	.01970	.01923	.01876	.01831
2.1	.01786	.01743	.01700	.01659	.01618	.01578	.01539	.01500	.01463	.01426
2.2	.01390	.01355	.01321	.01287	.01255	.01222	.01191	.01160	.01130	.01101
2.3	.01072	.01044	.01017	.00990	.00964	.00939	.00914	.00889	.00866	.00842
2.4	.00820	.00798	.00776	.00755	.00734	.00714	.00695	.00676	.00657	.00639
2.5	.00621	.00604	.00587	.00570	.00554	.00539	.00523	.00508	.00494	.00480
2.6	.00466	.00453	.00440	.00427	.00415	.00402	.00391	.00379	.00368	.00357
2.7	.00347	.00336	.00326	.00317	.00307	.00298	.00289	.00280	.00272	.00264
2.8	.00256	.00248	.00240	.00233	.00226	.00219	.00212	.00205	.00199	.00193
2.9	.00187	.00181	.00175	.00169	.00164	.00159	.00154	.00149	.00144	.00139

Jadual Taburan t



Ujian satu hujung

DF	P			
	0·005	0·01	0·05	0·1
1	63·7	31·8	6·31	3·08
2	9·92	6·96	2·92	1·89
3	5·84	4·54	2·35	1·64
4	4·60	3·75	2·13	1·53
5	4·03	3·36	2·01	1·48
6	3·71	3·14	1·94	1·44
7	3·50	3·00	1·89	1·42
8	3·36	2·90	1·86	1·40
9	3·25	2·82	1·83	1·38
10	3·17	2·76	1·81	1·37
11	3·11	2·72	1·80	1·36
12	3·05	2·68	1·78	1·36
13	3·01	2·65	1·77	1·35
14	2·98	2·62	1·76	1·34
15	2·95	2·60	1·75	1·34
16	2·92	2·58	1·75	1·34
17	2·90	2·57	1·74	1·33
18	2·88	2·55	1·73	1·33
19	2·86	2·54	1·73	1·33
20	2·85	2·53	1·72	1·32
21	2·83	2·52	1·72	1·32
22	2·82	2·51	1·72	1·32
23	2·81	2·50	1·71	1·32
24	2·80	2·49	1·71	1·32
25	2·79	2·48	1·71	1·32
26	2·78	2·48	1·71	1·32
27	2·77	2·47	1·70	1·31
28	2·76	2·47	1·70	1·31
29	2·76	2·46	1·70	1·31
30	2·75	2·46	1·70	1·31
40	2·70	2·42	1·68	1·30
60	2·66	2·39	1·67	1·30
120	2·62	2·36	1·66	1·29
∞	2·58	2·33	1·64	1·28

Ujian dua hujung

DF	P			
	0·005	0·01	0·05	0·1
1	127	63·7	12·7	6·31
2	14·1	9·92	4·30	2·92
3	7·45	5·84	3·18	2·35
4	5·60	4·60	2·78	2·13
5	4·77	4·03	2·57	2·01
6	4·32	3·71	2·45	1·94
7	4·03	3·50	2·36	1·89
8	3·83	3·36	2·31	1·86
9	3·69	3·25	2·26	1·83
10	3·58	3·17	2·23	1·81
11	3·50	3·11	2·20	1·80
12	3·43	3·05	2·18	1·78
13	3·37	3·01	2·16	1·77
14	3·33	2·98	2·14	1·76
15	3·29	2·95	2·13	1·75
16	3·25	2·92	2·12	1·75
17	3·22	2·90	2·11	1·74
18	3·20	2·88	2·10	1·73
19	3·17	2·86	2·09	1·73
20	3·15	2·85	2·09	1·72
21	3·14	2·83	2·08	1·72
22	3·12	2·82	2·07	1·72
23	3·10	2·81	2·07	1·71
24	3·09	2·80	2·06	1·71
25	3·08	2·79	2·06	1·71
26	3·07	2·78	2·06	1·71
27	3·06	2·77	2·05	1·70
28	3·05	2·76	2·05	1·70
29	3·04	2·76	2·05	1·70
30	3·03	2·75	2·04	1·70
40	2·97	2·70	2·02	1·68
60	2·91	2·66	2·00	1·67
120	2·86	2·62	1·98	1·66
∞	2·81	2·58	1·96	1·64

Nilai kritikal F bagi ujian satu hujung (paras keyakinan 95% atau P = 0.05)

ν_2 \ ν_1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45
3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786	8.745	8.703	8.660
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.912	5.858	5.803
5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.678	4.619	4.558
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	4.000	3.938	3.874
7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.575	3.511	3.445
8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.284	3.218	3.150
9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.073	3.006	2.936
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.913	2.845	2.774
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.788	2.719	2.646
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.687	2.617	2.544
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.604	2.533	2.459
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.534	2.463	2.388
15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.475	2.403	2.328
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.425	2.352	2.276
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	3.614	2.548	2.494	2.450	2.381	2.308	2.230
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.342	2.269	2.191
19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.308	2.234	2.155
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.278	2.203	2.124

Nilai kritikal F bagi ujian dua hujung (paras keyakinan 95% atau P = 0.05)

ν_2 \ ν_1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	647.8	799.5	864.2	899.6	921.8	937.1	948.2	956.7	963.3	968.6	976.7	984.9	993.1
2	38.51	39.00	39.17	39.25	39.30	39.33	39.36	39.37	39.39	39.40	39.41	39.43	39.45
3	17.44	16.04	15.44	15.10	14.88	14.73	14.62	14.54	14.47	14.42	14.34	14.25	14.17
4	12.22	10.65	9.979	9.605	9.364	9.197	9.074	8.980	8.905	8.844	8.751	8.657	8.560
5	10.01	8.434	7.764	7.388	7.146	6.978	6.853	6.757	6.681	6.619	6.525	6.428	6.329
6	8.813	7.260	6.599	6.227	5.988	5.820	5.695	5.600	5.523	5.461	5.366	5.269	5.168
7	8.073	6.542	5.890	5.523	5.285	5.119	4.995	4.899	4.823	4.761	4.666	4.568	4.467
8	7.571	6.059	5.416	5.053	4.817	4.652	4.529	4.433	4.357	4.295	4.200	4.101	3.999
9	7.209	5.715	5.078	4.718	4.484	4.320	4.197	4.102	4.026	3.964	3.868	3.769	3.667
10	6.937	5.456	4.826	4.468	4.236	4.072	3.950	3.855	3.779	3.717	3.621	3.522	3.419
11	6.724	5.256	4.630	4.275	4.044	3.881	3.759	3.664	3.588	3.526	3.430	3.330	3.226
12	6.554	5.096	4.474	4.121	3.891	3.728	3.607	3.512	3.436	3.374	3.277	3.177	3.073
13	6.414	4.965	4.347	3.996	3.767	3.604	3.483	3.388	3.312	3.250	3.153	3.053	2.948
14	6.298	4.857	4.242	3.892	3.663	3.501	3.380	3.285	2.209	3.147	3.050	2.949	2.844
15	6.200	4.765	4.153	3.804	3.576	3.415	3.293	3.199	3.123	3.060	2.963	2.862	2.756
16	6.115	4.687	4.077	3.729	3.502	3.341	3.219	3.125	3.049	2.986	2.889	2.788	2.681
17	6.042	4.619	4.011	3.665	3.438	3.277	3.156	3.061	2.985	2.922	2.825	2.723	2.616
18	5.978	4.560	3.954	3.608	3.382	3.221	3.100	3.005	2.929	2.866	2.769	2.667	2.559
19	5.922	4.508	3.903	3.559	3.333	3.172	3.051	2.956	2.880	2.817	2.720	2.617	2.509
20	5.871	4.461	3.859	3.515	3.289	3.128	3.007	2.913	2.837	2.774	2.676	2.573	2.464

v_1 = darjah kebebasan pengatas

v_1 = darjah kebebasan pembawah